

DERWENT-ACC-NO: 1988-165129

DERWENT-WEEK: 198824

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Granular ammonium sulphate prodn. - by introducing
ammonium sulphate soln. to crystallisation appts.,
obtaining seed crystal by sieving prod.

*not
independent*

PATENT-ASSIGNEE: NIPPON STEEL CHEM CO[YAWH]

PRIORITY-DATA: 1986JP-0247571 (October 20, 1986)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 63103821 A	May 9, 1988	N/A	004	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 63103821A	N/A	1986JP-0247571	October 20, 1986

INT-CL (IPC): C01C001/24

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 63103821A

BASIC-ABSTRACT:

Sulphate is produced by introducing ammonium sulphate soln/ to a crystallisation appts.. 1-10 wt.% of the amt. produced of the prod. ammonium sulphate granule crystal is added in the crystallising can, as a seed crystal. Crystallisation is carried out in the crystallising can. The seed crystal is obtd. by sieving the prod. ammonium sulphate, and its granule dia. to finer than 10 mesh. The seed crystal is added when the crystal of fixed grain size begin to increase. After that, the addition of the seed crystal is stopped or started according to the change of the crystal.

USE/ADVANTAGE - By adding granule crystal as the seed crystal change of grain size distribution of the produced crystal is made max.. Granular ammonium sulphate is produced in good yield.

CHOSEN-DRAWING: Dwg. 0/0

TITLE-TERMS: GRANULE AMMONIUM SULPHATE PRODUCE INTRODUCING AMMONIUM
SULPHATE
SOLUTION CRYSTAL APPARATUS OBTAIN SEED CRYSTAL SIEVE PRODUCT

DERWENT-CLASS: C04 C05 E35

CPI-CODES: C05-C01; C05-C05; C12-M11D; E32-A03;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M2 *01*

Fragmentation Code

C108 C316 C500 C540 C730 C801 C802 C804 M411 M720

M903 M904 M910 N104 N421 N513 R032

Specific Compounds

01786P

Registry Numbers

3102R 1678D

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

C108 C316 C500 C540 C730 C801 C802 C804 M411 M720

M903 M904 M910 N104 N421 N513 R032

Specific Compounds

01786P

Registry Numbers

3102R 1678D

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1786P

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1988-073655

⑨ 日本国特許庁 (J P)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭63-103821

⑬ Int. Cl. 4

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)5月9日

C 01 C 1/24

A-6750-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 粒状硫安の製造方法

⑯ 特 願 昭61-247571

⑰ 出 願 昭61(1986)10月20日

⑱ 発 明 者	小 川 重 徳	千葉県君津市八重原1338-1
⑱ 発 明 者	伊 東 正	千葉県木更津市相里30-2
⑱ 発 明 者	大 谷 真 実	千葉県木更津市清見台南1-14-4
⑱ 発 明 者	中 村 泰 三	千葉県千葉市道場北1-20-22
⑲ 出 願 人	新日鐵化学株式会社	東京都中央区銀座5丁目13番16号
⑳ 代 理 人	弁理士 佐野 英一	

明 細 書

1. 発明の名称

粒状硫安の製造方法

2. 特許請求の範囲

- (1) 硫安溶液を晶析装置に導入して粒状硫安を製造する方法において、結晶缶内に製品硫安の細粒結晶を種結晶として生産量の1~10wt % 添加し、結晶缶内で晶析することを特徴とする粒状硫安の製造方法。
- (2) 添加する種結晶は、製品硫安を篩分した後細粒結晶でその粒径が10メッシュより細かいものである特許請求の範囲第1項記載の粒状硫安の製造方法。
- (3) 種結晶の添加は目的とする所定粒度の結晶が増加し始めたときに添加を開始し、その後結晶の変化に応じて添加を停止又は開始することを特徴とする特許請求の範囲第1項又は第2項記載の粒状硫安の製造方法。
- (4) 種結晶の添加必要量にあわせて種結晶の所

定量を篩分工程から取り出すことを特徴とする特許請求の範囲第1項ないし第3項いずれか一つに記載の粒状硫安の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は粒状硫安の製造方法に関するものである。

(従来の技術)

肥料用として使用される硫安は、施肥の際に均一に散布することができ、風による飛散が少なく、また、葉や茎への付着がないこと等が要求される他、リン酸肥料やカリ肥料と混合して施肥する場合には均一に混合するためにリン酸肥料やカリ肥料の粒度に揃える必要があり、このため6~18メッシュ程度の粒度分布であることが望ましい。

特開昭59-78924号公報には、粉末状の硫安結晶を水に再溶解して飽和度、pH等を調整して結晶缶に装入して攪拌下に濃縮することにより硫安結晶を析出せしめ、結晶缶の下部から所定粒

度以上の硫酸結晶を主体とするスラリーを抜き出し、次いで母液を振り切って粒状硫酸を得る方法が記載されている。しかしながら、このような造粒装置の運転は、通常結晶缶内のスラリー濃度を一定となるよう結晶の抜き出しを行うので、結晶が成長するに従い全体の結晶核の数が少なくなって全体の表面積が小さくなり、成長のピークに達すると濃縮される硫酸分を缶内の結晶に吸収できなくなり、過飽和が進み微結晶が一度に発生することになりやすく結晶缶内の粒度分布を安定させることは困難である。微細結晶から粒状結晶への成長の周期は結晶缶の形式、操業条件等によって異なるが、例えば機械攪拌式タイプでは通常24～26時間である。このため、所定の粒度の硫酸結晶を安定して生産することが困難である。

(発明が解決しようとする問題点)

本発明は目的とする所定粒度の硫酸を歩留りよく製造することのできる方法を提供することを目的とする。

濃縮により結晶を析出させる結晶缶である。この結晶缶は例えば、次のような条件で運転される。スラリーの缶内滞留時間3～10時間、好ましくは5～8時間、缶内スラリー濃度10～50wt%、好ましくは10～40wt%、缶内温度50℃以上で攪拌条件下に保持され、下部から所定粒度以上の硫酸結晶を含むスラリーが抜き出されるような条件で減圧下に運転される。

本発明においては、結晶缶内に製品硫酸の細粒結晶を種結晶として添加する。ここに装入される種結晶は結晶缶の下部から抜き出される所定粒度以上の硫酸結晶を主体とする下部スラリーを、例えば遠心分離機等にかけて固液分離し、取り出された硫酸結晶を乾燥機で乾燥し、所定の粒度分布を持つ種々の製品に篩分された後の細粒結晶でありそのサイズは10メッシュより細かいもので、好ましくは14メッシュより細かいものが用いられる。種結晶の添加量は全生産量の1～10wt%で、好ましくは1～3wt%とすることがよい。また、種結晶の添加方法としては、

(問題を解決するための手段)

本発明者等は、かかる観点に鑑み、粒度が安定してしかも歩留がよい硫酸の製造法について鋭意研究を重ねた結果、硫酸溶液を晶析装置に装入して粒状硫酸を製造する方法において、結晶缶内に製品硫酸の細粒結晶を種結晶として添加し、結晶缶内で晶析することにより硫酸結晶の粒度を安定させ粒状硫酸の歩留の向上を達成できることを見出し、本発明に到達したものである。

本発明において硫酸溶液は粉末状ないし細かい粒径の硫酸を水に溶解した溶液等硫酸を溶解した水溶液である。溶解させる硫酸としてはコークス炉ガスを硫酸水溶液等の硫酸含有液に接触させて得られた粗硫酸粉末が望ましい。この硫酸溶液はほぼ飽和濃度で、pH4～7となるように調整したのち晶析装置に導入することが望ましい。

次に、硫酸溶液は、結晶缶に装入して攪拌下に濃縮し、硫酸結晶を析出させる。晶析装置は

目的とする所定粒度の結晶例えば10メッシュより大きい結晶の割合が増加し始めた時に添加を開始し、その後その割合が極大に達し低下し始めた時期に添加を停止し、またその割合が極小に達し増加し始めた時期に添加を開始するように調整することにより行うことが望ましい。

このように細粒結晶を一定量及び一定のタイミングで抜き出すために製品硫酸結晶粒度分布を定期的に測定し、それに応じて細粒結晶を自動的に抜き出し、これを結晶缶内に装入することが好ましい。なお、装入量の制御は秤量によって行ってもよいが、定量性ダンパーの開閉時間を制御することにより行うことが有利である。細粒結晶は結晶缶内に直接添加することもできるが、結晶缶から抜き出したスラリーから硫酸を分離した母液に添加し、これと共に結晶缶に装入することが有利である。なお、種結晶は結晶缶に装入される硫酸溶液に添加してもよい。

次に本発明の実施の一例を示す第1図のフローシートに基づいて本発明を具体的に説明する。

硫酸飽和器で発生し遠心分離機等で固液分離された粗硫酸粉末は、ライン(1)から溶解槽(2)内に装入されて硫酸溶液とされ安水又は硫酸によってpH4~7に調整される。この硫酸溶液はライン(3)を通じて結晶缶(4)に装入される。

この結晶缶(4)において濃縮され、晶析された所定の粒度以上の硫酸結晶は下部スラリーを抜き出すための結晶抜き出しライン(5)から抜き出され、次いで遠心分離機(6)で固液分離され、ライン(7)から硫酸結晶が取り出されると共に、母液がライン(8)から分離母液タンク(9)に取り出される。固液分離された硫酸結晶はライン(7)を通じて乾燥機(8)へ供給され、熱風によって乾燥された後バケットコンベア(9)で振動篩(10)へ装入される。振動篩(10)へ装入された硫酸結晶は篩分され、それぞれの用途に供される。振動篩(10)で篩分された細粒結晶、例えば10メッシュより細かい結晶の一部は定量性ダンパー(11)により所定量抜き出されてライン(12)を経て、分離母液タンク(9)に装入される。

り大きいものはベルトコンベア(20)等によって倉庫へ貯蔵される。所定粒度以下、例えば10メッシュより細かい細粒結晶は種結晶として添加する場合は、定量性ダンパー(11)、(12)から供給管(13)を経て分離母液タンク(9)へ供給され、スラリー状でライン(14)を通じて結晶缶(4)に装入される。種結晶の添加を停止する場合定量性ダンパーを切替えてベルトコンベア(21)を経て倉庫へ貯蔵される。ここで、定量性ダンパーの切替え、調整は乾燥機(8)の出口の製品硫酸結晶の粒度を定期的に測定し粒度の変化に応じて所定の細粒結晶を抜き出すようにダンパー制御機器(22)によって行う。この制御は定量性ダンパー開閉信号aにより、定量性ダンパーの切替えおよび開閉を制御する。また、結晶粒度測定信号により所定の細粒結晶を抜き出すようにプログラミングされたマイクロコンピュータを用いて行えば自動制御が可能となる。

(実施例)

アンモニア飽和器でコークス炉ガスを硫酸合

この定量性ダンパー(11)を経て抜き出される細粒結晶の母液タンクへの装入開始の時期及び装入量の決定は乾燥機(8)出口の製品の粒度分布を定期的に測定して決められ、この測定値の信号によりマイクロコンピュータ等で定量性ダンパー(11)の制御が自動的に行われる。

分離母液タンク(9)に装入された細粒結晶はスラリー状となって供給ライン(14)を経て結晶缶(4)の下部に装入される。なお、この細粒結晶は供給ライン(14)を経て硫酸母液と一緒にスラリー状となり供給ライン(13)を経て結晶缶へ装入することもできる。

第2図により定量性ダンパーの作動制御の一例を説明する。結晶缶(4)の下部から抜き出された所定粒度細の硫酸結晶のスラリーは遠心分離機(6)等によって固液分離され、硫酸結晶はベルトコンベア(9)、乾燥機(8)を通された後、バケットコンベア(9)を通じて第1振動篩(10)及び第2振動篩(11)で粒度毎に篩分される。

所定粒度以上硫酸結晶、例えば10メッシュよ

有液と接触させて得られたスラリーから粗硫酸粉末を得た。この粗硫酸粉末を溶解槽で再溶解し、安水でpH調整をして得られたpH6、硫酸濃度41wt%の硫酸溶液を結晶缶に装入し、結晶の滞留時間5~8時間、缶内スラリー濃度35~45wt%、缶内pH3~4.6、缶内温度55~58℃という条件でこの結晶缶を運転し、粒状硫酸を製造した。

得られた粒状硫酸の粒度を一定時間毎に測定し、10メッシュ以上の粒度の割合の変動に応じて種結晶の添加および停止を行った。添加および停止の時期は第3図又は第5図に示す通りとした。添加した種結晶の粒度は14~32メッシュ、添加量は生産量の1~2wt%とした。

結果を第3図および第5図に示す。種結晶を添加しない場合の結果を第4図に示す。

種結晶を添加することにより製品の粒状結晶分布が安定し、製品歩留も20~70wt%が60~80wt%へと増加した。

(発明の効果)

結晶缶内に種結晶として細粒結晶を添加することにより、結晶缶内で発生する結晶の粒度分布の変化を極力少なくし、安定して高い歩留で粒状硫安を生産することができる。

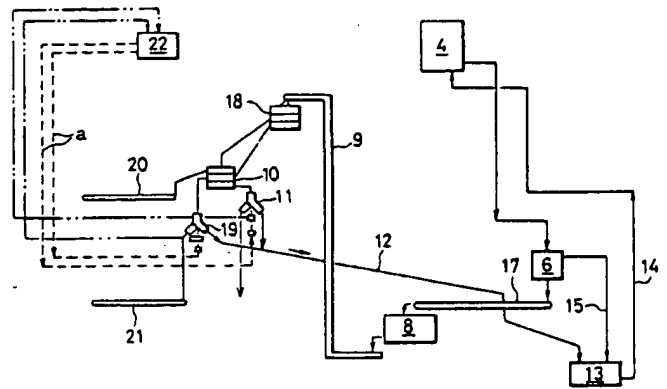
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法の一例を示すフローシートであり、第2図は定量性ダンパー制御機能図である。第3図、第4図及び第5図は、採晶結晶粒度の経時変化を示すグラフである。

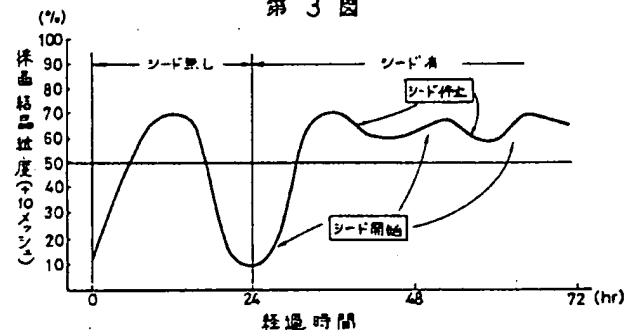
- 4 …… 結晶缶、6 …… 遠心分離機
8 …… 乾燥機、9 …… バケットコンベア
10, 18 …… 振動篩、11, 19 …… 定量性ダンパー
22 …… ダンパー制御機器

特許出願人 新日鐵化学株式会社
代理人 弁理士 佐野英一

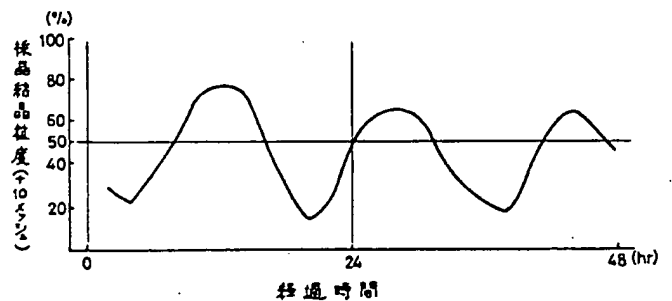
第2図



第3図



第4図



第5図

